

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

18 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Off nlegungsschrift  
10 DE 195 40 527 A 1

61 Int. Cl.<sup>8</sup> 2)  
G 01 N 35/00  
G 01 N 30/88  
G 07 C 11/00

21 Aktenzeichen: 195 40 527.7  
22 Anmeldetag: 31. 10. 95  
43 Offenlegungstag: 7. 5. 97

71 Anmelder:  
Hewlett-Packard GmbH, 71034 Böblingen, DE

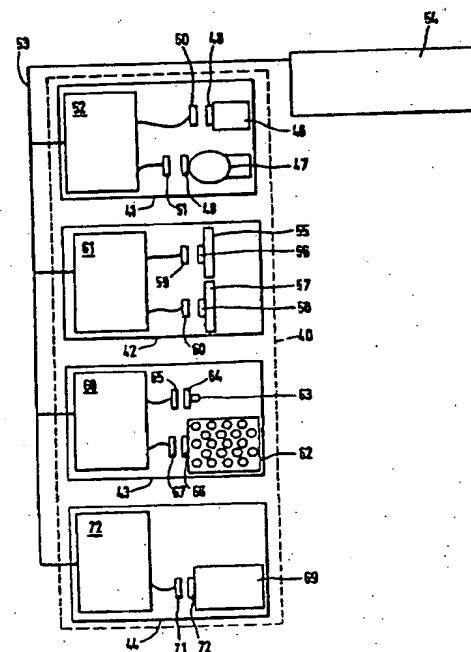
72 Erfinder:  
Anderer, Herbert, 76337 Waldbronn, DE; Büttner,  
Christian, 76337 Waldbronn, DE; Hoffmann, B rnd  
Walter, 76228 Karlsruhe, DE; Lüth, Claus, 76199  
Karlsruhe, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE 195 21 044 A1  
DE 44 10 781 A1  
DE 44 08 258 A1  
DE 43 37 515 A1  
DE 43 12 093 A1  
US 54 20 794 A  
US 51 91 810 A  
US 49 35 875  
EP 06 72 908 A1  
EP 05 20 304 A2  
EP 03 95 188 A1

54 Vorrichtung zur Erkennung austauschbarer Teile in analytischen Meßgeräten

57 Eine Vorrichtung zur Erkennung austauschbarer Teile in einem analytischen Meßgerät oder in einem analytischen Meßsystem mit mehreren analytischen Geräten (41, 42, 43, 44), welche austauschbare Teile (46, 47, 55, 58, 62, 63, 69) enthalten, weist mit den austauschbaren Teilen jeweils verbundene Identifizierungsmodule (48, 49, 56, 58, 66, 84, 70) auf, sowie Sende-/Empfangeinrichtungen (50, 51, 59, 60, 67, 65, 71), welche Informationssignale von einem Identifizierungsmodul empfangen und Informationssignale zu einem Identifizierungsmodul senden können, und eine Steuereinrichtung (54), welche die Informationen aus den Identifizierungsmodulen auswertet. Die Steuereinrichtung (54) kann die Anzeige einer Nachricht auf einer Anzeigeeinrichtung veranlassen, wenn die aus einem Identifizierungsmodul ausgelesenen Informationen bestimmte Bedingungen, zum Beispiel hinsichtlich der Qualität des entsprechenden Teiles, nicht erfüllen.



DE 195 40 527 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

DE 195 40 527 A 1

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Erkennung von austauschbaren Teilen in analytischen Meßgeräten. Derartige austauschbare Teile sind zum Beispiel Trennsäulen in der Flüssigkeitschromatographie oder in der Kapillarelektrophorese, Probengefäße, Probenträger, Pumpenköpfe eines Flüssigkeitschromatographen, Probeninjektionskapillaren, Detektorzellen oder Lampen in einem Spektrometer.

Die analytische Meßtechnik umfaßt unter anderem eine Reihe von Trennmethoden wie Gaschromatographie, Flüssigkeitschromatographie, überkritische Flüssigkeitschromatographie, Kapillarelektrophorese, Kapillarelektrochromatographie, sowie Probenidentifizierungsmethoden wie Spektrophotometrie, Fluoreszenzspektrometrie, elektrochemische Methoden. Die Meßgeräte, die diese Trenntechniken und Detektionsmethoden zum Nachweis von Probensubstanzen benutzen, sind weitgehend automatisiert. Diese Meßgeräte enthalten im allgemeinen Teile, die nach einiger Zeit des Gebrauchs ersetzt werden müssen. Beispielsweise die Trennsäule in einem Flüssigkeitschromatographen sowie Lampen in Spektrometern sind nach einer gewissen Nutzungsdauer verbraucht und müssen durch neue Teile ersetzt werden. Andere Teile in analytischen Meßgeräten, beispielsweise Detektorzellen, sind austauschbar, um eine Anpassung an besondere Anwendungen zu erreichen, zum Beispiel zur Erhöhung der Meßempfindlichkeit.

Obwohl der Zustand derartiger Austauschteile teilweise erheblichen Einfluß auf die Messung und die Qualität der Meßergebnisse hat, werden Informationen über diesen Zustand im allgemeinen bei der Messung nicht berücksichtigt. Dies ist heutzutage im Zusammenhang mit der Zertifizierung von Labormethoden von besonderem Interesse. Eine Schwachstelle der Zertifizierung besteht darin, daß keine Erkennung bzw. Rückmeldung über passive austauschbare Teile, die typischerweise keine weitere Möglichkeit zum elektronischen Datenaustausch besitzen (zum Beispiel mechanische Teile), gegeben ist.

Aus DE-A-43 01 401 ist eine Vorrichtung für die elektronische und berührungslose Identifizierung von Trennsäulen für die Chromatographie bekannt, mit einem elektronischen Bauteil, welches mit der Trennsäule verbunden ist, und mit einem Schreib-Lesegerät, das die Informationen auf dem elektronischen Bauteil auf elektromagnetischem Wege auslesen und weiterverarbeiten kann. Eine weitere Säulenidentifizierungsvorrichtung ist aus US-A-4,975,647 bekannt.

Gegenüber dem Stand der Technik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch 1 zu schaffen, welche eine erhöhte Zuverlässigkeit und Betriebssicherheit bei der Durchführung analytischer Messungen gewährleistet.

Gemäß der Erfindung wird diese Aufgabe für eine Vorrichtung gemäß dem Oberbegriff durch die kennzeichnenden Merkmale von Patentanspruch 1 gelöst.

Gemäß Anspruch 4 kann ein austauschbares Teil eines analytischen Gerätes selbsttätig ausgetauscht werden, wenn es bestimmten Bedingungen nicht mehr genügt, zum Beispiel wenn es nicht mehr zufriedenstellend arbeitet, oder wenn die Konfiguration des Analysensystems geändert werden soll.

Gemäß Anspruch 7 wird erfindungsgemäß auch ein analytisches Meßsystem mit mehreren analytischen Ge-

räten geschaffen, bei welchem die analytischen Geräte austauschbare Teile mit zugehörigen Identifizierungsmodulen aufweisen, und bei welchem eine Steuereinrichtung vorgesehen ist, die die mittels Send-/Empfangseinrichtungen aus den Identifizierungsmodulen ausgelesenen Informationen auswertet und zur Steuerung des Meßsystems verwendet. Die in den Identifizierungsmodulen gespeicherten Informationen werden erforderlichenfalls aktualisiert bzw. ergänzt. Ein derartiges Meßsystem zeichnet sich unter anderem dadurch aus, daß es das zuverlässige automatische Abarbeiten von komplexen Analysensequenzen mit einer Vielzahl von Proben und mit unterschiedlichen Trennverfahren ermöglicht.

Nachfolgend werden Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand der Zeichnung näher erläutert.

Fig. 1 ist eine schematische Darstellung eines ersten Ausführungsbeispiels der vorliegenden Erfindung im Zusammenhang mit einer chromatographischen Säule.

Fig. 2 zeigt eine Ausführungsform der Erfindung mit mehreren Säulen.

Fig. 3 zeigt ein weiteres Ausführungsbeispiel der Erfindung im Zusammenhang mit einem Probengefäß für die analytische Meßtechnik.

Fig. 4 zeigt ein weiteres Ausführungsbeispiel der Erfindung bei einem analytischen Meßsystem mit mehreren Geräten.

Fig. 1 zeigt schematisch einen Flüssigkeitschromatographen 1. Ein wesentlicher Bestandteil des Flüssigkeitschromatographen ist die Trennsäule 2, aus welcher unterschiedliche Probensubstanzen zeitlich nacheinander austreten. Weitere Bestandteile eines Flüssigkeitschromatographen 1, die der Übersicht halber nicht dargestellt sind, sind eine Probeninjektionseinrichtung sowie eine Hochdruckpumpe, die die Probe und ein Lösungsmittel vor Eintritt in die Säule 2 auf hohen Druck bringen. Die aus der Trennsäule 2 zeitlich nacheinander austretenden Substanzen werden anschließend in einem Detektor (nicht dargestellt) nachgewiesen.

Die Trennsäule 2 ist üblicherweise so im Chromatographen angeordnet, daß sie für den Benutzer von außen gut zugänglich ist, um ein leichtes Austauschen zu ermöglichen. Ein Austausch ist beispielsweise erforderlich, wenn die Säule verbraucht ist. Außerdem kann bei einem bestimmten Trennproblem durch Ersetzen eines bestimmten Säulentyps durch einen anderen Typ die Trennung der Probensubstanzen verbessert werden; dazu ist ebenfalls ein Austausch der Säule erforderlich. Die Säule 2 kann in einem thermostatisierten Raum (Säulenofen) angeordnet sein, in dem verschiedene Temperaturen zur Optimierung der Trennung eingestellt werden können.

Wie in Fig. 1 schematisch gezeigt, ist an der Säule 2 ein Säulenidentifizierungsmodul 3 befestigt. Der Identifizierungsmodul 3 kann zum Beispiel in einem Kunststoffklemmteil eingegossen sein, welches an die Säule 3 geklemmt wird. Der Identifizierungsmodul 3 enthält vorzugsweise einen Chip (z. B. EEPROM), welcher sowohl das Auslesen als auch das Einlesen und Löschen von Informationen erlaubt.

Gegenüber dem Identifizierungsmodul 3 ist eine Send-/Empfangseinrichtung 4 angeordnet, die Informationen von dem Identifizierungsmodul 3 empfangen und Informationen zu diesem senden kann. Die Übertragung der Information erfolgt dabei vorzugsweise drahtlos. Die Send-/Empfangseinrichtung 4 ist mit der zum Chromatographen gehörenden Geräteelektronik verbunden. Die Send-/Empfangseinrichtung 4 ist über die

Geräteelektronik 9 und eine Steuerleitung 6 mit einer Steuereinrichtung 5 verbunden, die in einem bevorzugten Ausführungsbeispiel auch dazu verwendet wird, über eine Steuerleitung 7 die anderen Funktionen des Chromatographen zu steuern. Dazu gehören beispielsweise die Probeninjektion, und das Sammeln der gewonnenen chromatographischen Meßdaten, sowie gegebenenfalls die Analyse und Weiterverarbeitung der Meßdaten.

Die chromatographischen Meßdaten können auf einer Anzeigeeinrichtung 8 dargestellt werden, die mit der Steuereinrichtung 5 verbunden ist. Als Anzeigeeinrichtung kann zum Beispiel der Bildschirm eines Computers verwendet werden, von dem auch die Steuereinrichtung 5 einen Teil bildet. Außer zur Anzeige von chromatographischen Meßergebnissen kann die Anzeigeeinrichtung 8 auch zur Darstellung von Betriebszuständen der einzelnen Komponenten des Chromatographen verwendet werden. Schließlich ist es auch noch möglich, daß der Benutzer über den Bildschirm 8 bestimmte Funktionen des Chromatographen auslöst, indem er etwa mit Hilfe einer Computermouse ein bestimmtes Symbol auf dem Bildschirm anwählt, wodurch von der Steuereinrichtung ein entsprechender Steuerbefehl an den Chromatographen gegeben wird.

Der Säulenidentifizierungsmodul 3 enthält eine Vielzahl von Informationen über die Säule 2, zum Beispiel: stationäre Phase, Partikelgröße, Säulengeometrie, Säulentotvolumen, Produktnummer, Seriennummer, maximaler Druck, maximale Temperatur, maximaler pH-Wert, Anzahl der jeweils durchgeführten Injektionen, Kommentare des Benutzers. Sich ändernde Informationen, wie beispielsweise die Zahl der Injektionen, werden automatisch erneuert, indem die Steuereinrichtung 5 die entsprechenden Signale an die Sende-/Empfangseinrichtung 4 gibt, die diese wiederum in den Identifizierungsmodul 3 eingibt.

Gemäß einem Ausführungsbeispiel der Erfindung erfolgt die Übertragung von Informationen zwischen Sende-/Empfangseinrichtung 4 und Identifizierungsmodul 3 mittels Hochfrequenzsignalen. Der Identifizierungsmodul 3 umfaßt eine Empfangsschaltung zum Empfang von Signalen von der Sende-/Empfangseinrichtung 4, eine Sendeschaltung zum Senden von Informationen zu der Sende-/Empfangseinrichtung 4 sowie ein Datenverarbeitungs- und Datenspeicherungsschaltung, die typischerweise ein EEPROM umfaßt. Die zum Betrieb des Identifizierungsmoduls 3 erforderliche elektrische Energie wird von den von der Sende-/Empfangseinrichtung 4 ausgesandten Hochfrequenzsignalen geliefert. Gemäß einem praktischen Beispiel der Erfindung kann als Identifizierungsmodul ein auf dem Markt erhältlicher "Programmable Identification Transponder" eingesetzt werden.

Gemäß einem Merkmal der vorliegenden Erfindung sendet die Sende-/Empfangseinrichtung 4 in regelmäßigen Zeitabständen ein Abfragesignal an den Säulenidentifizierungsmodul 3, welcher daraufhin ein Antwortsignal an die Sende-/Empfangseinrichtung 4 zurücksendet. Das von dem Identifizierungsmodul ausgesandte Antwortsignal entspricht beispielsweise der für die jeweilige Säule charakteristischen Seriennummer. Falls kein Antwortsignal von der Sende-/Empfangseinrichtung 4 empfangen wird, bedeutet dies, daß die Säule mitsamt dem Identifizierungsmodul 3 entfernt wurde. Wenn das Antwortsignal zwar empfangen wird, aber mit der Seriennummer nicht übereinstimmt, bedeutet

ausgetauscht wurde. Wenn die Steuereinrichtung 5 eine dieser beiden Bedingungen feststellt, veranlaßt sie die Ausgabe einer entsprechenden Meldung für den Benutzer auf der Anzeigeeinrichtung 8. Beispielsweise kann ein entsprechender Text oder ein graphisches Symbol oder eine Kombination von beidem auf dem Bildschirm dargestellt werden.

Wenn mit Hilfe der Steuereinrichtung 5 festgestellt worden ist, daß die Säule ausgetauscht wurde, wird dies zum einen für den Benutzer sichtbar auf dem Bildschirm 8 dargestellt, weiterhin werden auch die auf dem Identifizierungsmodul der neuen Säule gespeicherten Daten auf dem Bildschirm dargestellt. Der Benutzer wird so zum Beispiel über die Art der Säule und deren Vorgesichte, etwa die Anzahl der Injektionen, informiert. Außerdem ist es für den Benutzer wichtig zu wissen, daß tatsächlich eine Säule eingesetzt ist, denn sonst kann keine Trennung durchgeführt werden. Insgesamt wird eine sichere Betriebsweise erreicht.

Gemäß einem weiteren Merkmal der Erfindung werden die auf dem Identifizierungsmodul 3 gespeicherten Daten entsprechend den Betriebsbedingungen, denen die Säule ausgesetzt ist, fortlaufend aktualisiert. So wird der "Lebenslauf" der Säule ständig fortgeschrieben. Insbesondere wird die auf dem Identifizierungsmodul 3 gespeicherte Anzahl der auf die Säule durchgeführten Injektionen bei jeder neuen Injektion um 1 erhöht. Dies geschieht, indem ein entsprechendes Signal von der Steuereinrichtung 5, die auch die Injektion selbst auslöst, an den Identifizierungsmodul 3 übertragen wird. Die Anzahl der Injektionen ist unter anderem ein Maß für die Brauchbarkeit der Säule.

Weitere Betriebsdaten, die gemäß Ausführungsbeispielen der Erfindung auf dem Identifizierungsmodul 3 ständig fortgeschrieben werden, sind das Produkt aus dem jeweiligen Fluß durch die Säule und dem herrschenden Flüssigkeitsdruck. Das integrierte Produkt aus Fluß und Druck ist, wie die Anzahl der Injektionen, ein Maß für das Alter bzw. die Restlebensdauer der Säule. Druck und Fluß werden dabei durch die im Chromatographen vorgesehenen Fluß- bzw. Drucksensoren ermittelt und über die Steuereinrichtung 5 und die Sende-/Empfangseinrichtung 4 zu dem Identifizierungsmodul 3 übertragen. Alternativ oder kombiniert mit den vorstehend genannten Betriebsdaten können auch das integrierte Produkt aus Druck und Zeit oder die jeweiligen Druckwerte der durchgeführten Injektionen auf dem Identifizierungsmodul fortgeschrieben werden.

In einem Datenspeicher der Steuereinrichtung 5 sind bestimmte Schwellwerte für die Anzahl der Injektionen, für den Druck, und/oder das integrierte Produkt aus Druck und Fluß enthalten. Diese Werte können vom Benutzer über eine Eingabe-/Ausgabeeinrichtung 10 erforderlichenfalls verändert werden. Wenn diese Schwellwerte für eine Säule 3 erreicht sind, wird dies von der Steuereinrichtung 5 festgestellt und veranlaßt, daß eine entsprechende Meldung auf dem Bildschirm 8 erscheint. Der Benutzer kann somit frühzeitig darauf aufmerksam gemacht werden, daß die Säule demnächst verbraucht ist und durch eine neue ersetzt werden muß. Gemäß einer Ausführungsform der Erfindung erscheint auf dem Bildschirm 8 ein graphisches Symbol 11, das zum Beispiel solange grün ist, wie die genannten Schwellwerte für die Säule noch nicht erreicht sind, und das gelb wird, sobald die Schwellwerte erreicht werden.

Weiterhin besteht die Möglichkeit, in den Identifizierungsmodul Maximalwerte von Druck, Temperatur und

dürfen, ohne die Säule zu schädigen. Wenn beim Betrieb des Chromatographen die Steuereinrichtung 5 mit Hilfe von entsprechenden Sensoren erkennt, daß diese Maximalwerte überschritten werden, sorgt die Steuereinrichtung 5 dafür, daß entweder die Messung abgebrochen oder für den Benutzer eine Warnung auf dem Bildschirm ausgegeben wird.

Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung bezieht sich auf Anwendungen, bei denen länger andauernde chromatographische Messungen ohne Benutzeraufsicht automatisch durchgeführt werden. Ein Beispiel dafür ist die automatische chromatographische Analyse einer Vielzahl von Probensubstanzen, die jeweils nacheinander mittels eines Autosamplers in die Säule injiziert werden. Da solche Analysen mehrere Stunden oder auch Tage dauern, könnte der Fall eintreten, daß inmitten einer solchen Analyse die Säule verbraucht wäre. Da kein Benutzer anwesend ist, der dies erkennen könnte, etwa aufgrund der vorhin beschriebenen Anzeige eines Symbols 11 auf dem Bildschirm 8, würden die restlichen Analysen bei schlechten Säulenbedingungen durchgeführt und möglicherweise sogar wertlos sein.

Dieses Problem wird gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung dadurch gelöst, daß die Steuereinrichtung 5 bei der Eingabe eines durchzuführenden Meßprogramms durch den Benutzer auch überprüft, ob dieses Meßprogramm mit der zur Zeit im Chromatographen eingesetzten Säule überhaupt durchgeführt werden kann. Die Steuereinrichtung berechnet also zum Beispiel die Anzahl der bei dem durchzuführenden Meßprogramm anfallenden Injektionen, addiert diese zu der Anzahl der auf dem Identifizierungsmodul 3 gespeicherten Injektionen und vergleicht die Summe mit dem oben genannten Schwellwert. Falls der Schwellwert überschritten wird, wird dies dem Benutzer auf dem Bildschirm angezeigt. Der Benutzer kann dann die Säule durch eine neue Säule ersetzen, mit der das geplante Meßprogramm ohne Probleme durchgeführt werden kann.

Eine alternative Lösung zu dem vorstehend beschriebenen Problem besteht darin, daß der Chromatograph mehrere Säulen sowie ein Schaltventil zum Umschalten zwischen verschiedenen Säulen enthält, und daß bei Überschreiten des genannten Schwellwertes für die benutzte Säule während des Meßprogrammes von der verbrauchten Säule auf eine andere, unverbrauchte Säule umgeschaltet wird. Dieses Umschalten erfolgt automatisch unter Steuerung durch die Steuereinrichtung 5, so daß das ganze Programm ohne Benutzeraufsicht durchgeführt werden kann. Eine weitere alternative Lösung besteht in der Benutzung einer externen Kontaktsteuerung, zum Beispiel eines Roboters, der während des Meßprogrammes die verbrauchte Säule durch eine neue Säule ersetzt.

Es versteht sich, daß der genannte Schwellwert nicht notwendigerweise auf die Anzahl der Injektionen bezogen sein muß, sondern daß auch andere auf dem Identifizierungsmodul gespeicherte Parameter verwendet werden können, wie etwa das integrierte Produkt von Druck und Fluß. Außerdem muß der Schwellwert nicht auf einen einzigen Parameter bezogen sein, sondern kann auch über eine Kombination verschiedener Parameter definiert sein. Einer dieser Parameter könnte beispielsweise die über die Betriebszeit integrierte Säulentemperatur sein.

Eine weitere Anwendung der Erfindung besteht darin, daß die Steuereinrichtung 5 derart eingerichtet ist, daß bei Einsetzen einer neuen mit einem Identifizie-

rungsmodul versehenen Säule in den Chromatographen zunächst überprüft wird, ob die Säule überhaupt geeignet ist, die vom Benutzer beabsichtigte Analyse durchzuführen. Es ist bekannt, daß bestimmte Säulentypen für bestimmte Arten von chromatographischen Analysen besser geeignet sind als andere bzw. daß manche Säulentypen für bestimmte Analysen ungeeignet sind. Die Steuereinrichtung 5 vergleicht nun die auf dem Identifizierungsmodul gespeicherte Beschreibung des Säulentyps mit der vom Benutzer eingegebenen Analyse und gibt auf dem Bildschirm 8 gegebenenfalls einen Hinweis für den Benutzer aus, daß die momentan eingesetzte Säule für die geplante Analyse nicht geeignet oder nicht optimal ist.

In einer Weiterführung dieser Anwendung ist es auch möglich, daß die für eine Analyse jeweils am besten geeignete Säule automatisch ausgewählt und mit der zu analysierenden Probe beaufschlagt wird. Dies kann dadurch erreicht werden, daß mehrere Säulen verschiedenen Typs im Chromatographen 20 vorgesehen sind und daß diese Säulen wahlweise mittels Schaltventilen in den chromatographischen Pfad geschaltet werden können. In Fig. 2 ist eine solche Ausführungsform schematisch dargestellt. Dort sind drei verschiedene Trennsäulen A, B, und C gezeigt, die in einem Gehäuse 12, zum Beispiel einem Ofen, angeordnet sind. An jeder Säule ist ein Identifizierungsmodul 3a, 3b bzw. 3c befestigt, welches Informationen über die entsprechende Säule enthält.

Der Einlaß jeder Säule ist mit einem Schaltventil 13 verbunden, über welches die zu trennenden Substanzen zugeführt werden. Mittels des Schaltventils 13 kann jeweils eine der drei Säulen ausgewählt werden. Die Ausgänge der Trennsäulen sind mit einem weiteren Schaltventil 14 verbunden, von dem aus die getrennten Substanzen weiterbefördert werden, beispielsweise zu einem Detektor. Sende-/Empfangseinrichtungen 4a, 4b, 4c senden bzw. empfangen Informationen von den jeweiligen Identifizierungsmodulen 3a, 3b, 3c. Die Sende-/Empfangseinrichtungen 4a, 4b, 4c sind jeweils über elektrische Verbindungen 15a, 15b, 15c mit der zum Chromatographen gehörenden Geräteelektronik 17 verbunden. Diese wiederum ist über eine elektrische Verbindung 18 mit einer Steuereinrichtung 21 verbunden, an welche entsprechend dem Ausführungsbeispiel nach Fig. 1 eine Anzeigeeinrichtung 22 und eine Eingabe-/Ausgabeeinrichtung 23 angeschlossen ist. Die Betätigung der Schaltventile 13, 14 wird von der Steuereinrichtung 21 gesteuert. Auf der Anzeigeeinrichtung 22 kann, wie im Zusammenhang mit Fig. 1 schon erläutert, ein graphisches Symbol 24 dargestellt werden.

Eine alternative Möglichkeit der Säulenauswahl besteht darin, mittels eines Roboters die jeweils am besten geeignete Säule in den Chromatographen einzusetzen. Beide Ausführungsarten haben den Vorteil, daß der Automatisierungsgrad chromatographischer Analysen erhöht wird, so daß eine hohe Probenzahl mit unterschiedlichen chromatographischen Anforderungen an die Trennsäule ohne Eingriffe oder Aufsicht durch einen Benutzers analysiert werden können.

Entsprechend einer weiteren Ausführungsform der Erfindung enthält der Identifizierungsmodul Daten über eine auf der zugehörigen Säule durchgeführte Referenzanalyse. Eine solche Referenzanalyse wird mit der neuen Säule unter bekannten Bedingungen mit einer Standardprobe durchgeführt und die entsprechenden chromatographischen Daten werden im Identifizierungsmodul abgespeichert. Im Laufe der Lebensdauer

der Säule werden solche Standardinjektionen immer wieder durchgeführt und mit der ursprünglich durchgeführten Referenzanalyse verglichen. Aus dem Vergleich wird abgeleitet, ob die Säule noch zufriedenstellende Ergebnisse liefert oder ob sie ausgetauscht werden muß. Ein Kriterium kann zum Beispiel sein, ob bestimmte, im Chromatogramm dargestellte Komponenten hinreichend voneinander getrennt sind, um quantitativ ausgewertet werden zu können.

In einer Fortführung dieser Ausführungsform werden aus dem Vergleich der ursprünglichen Referenzanalyse mit der jeweils aktuellen Injektion Korrekturfaktoren gewonnen, mit denen Änderungen im Chromatogramm, die auf die Alterung der Säule zurückzuführen sind, korrigiert werden können.

Es versteht sich, daß die vorstehend beschriebenen Ausführungsbeispiele gleichermaßen für Trennsäulen in der Flüssigkeitschromatographie, der Gaschromatographie, der Kapillarelektrophorese, der Kapillarelektrochromatographie oder jeder anderen Trennmethode anwendbar sind. Weitere Anwendungen werden nachfolgend beschrieben.

In Fig. 3 ist ein wiederverwendbarer Identifizierungsmodul 31 dargestellt, welcher an einem Probengefäß 30 für die analytische Meßtechnik befestigt werden kann. Derartige Probengefäße werden zum Beispiel in der Flüssigkeitschromatographie oder der Kapillarelektrophorese im Zusammenhang mit einem Autosampler eingesetzt. Der Identifizierungsmodul 31 ist so auf das Gefäß 30 geklemmt, daß er vom Benutzer wieder entfernt werden kann. Der bevorzugte Ort für den Identifizierungsmodul ist am Oberteil des Gefäßes. Damit ist gewährleistet, daß der Identifizierungsmodul leicht zugänglich ist und daß die Orientierung des Gefäßes keinen Einfluß auf das Auslesen und Beschreiben des Moduls hat.

Die elektronischen Komponenten 33 des Identifizierungsmoduls sind in Kunststoffmaterial eingekapselt. Der Identifizierungsmodul weist in der Mitte eine Öffnung 32 auf, in welche die Nadel des Autosamplers eingeführt werden kann, um das Septum 34 zu durchstechen, damit durch die Nadel die Probe aus dem Gefäß 30 entnommen werden kann.

Die elektronischen Bauteile, welche mit dem Identifizierungsmodul 31 kommunizieren und welche die zu seinem Betrieb erforderliche Energie zur Verfügung stellen, sind integraler Bestandteil des Transportmechanismus des Autosamplers, zum Beispiel des Greifarms. Der Identifizierungsmodul kann durch Bewegen des Greifarms über das Oberteil des Probengefäßes 30 ausgelesen werden, ohne daß das Gefäß berührt wird. Auf diese Weise kann der Autosampler die jeweils im Autosampler-Tray befindlichen Gefäße abtasten und die entsprechenden Daten dem Benutzer bzw. der Steuereinrichtung zur Verfügung stellen. Weiterhin können Meßreihen mit unterschiedlichen Probengefäßen definiert werden, indem der Benutzer die auf dem Identifizierungsmodul gespeicherte Identifizierungsnummer anstatt der bisher üblichen Position des Gefäßes innerhalb des Autosampler-Trays eingibt. Nachdem der Autosampler das Gefäß 30 an die Injektionsöffnung des analytischen Meßgerätes gebracht hat, wird der Identifizierungsmodul erneut ausgelesen, um die Identität der Probe zu verifizieren. Der Identifizierungsmodul 31 kann außer einer Identifizierungsnummer noch weitere Informationen enthalten, zum Beispiel über eine eventuelle Vorbehandlung der Probe und notwendige Methoden

vom Eingang der Probe bis zum Analysenzertifikat.

Eine weitere Einsatzmöglichkeit eines Identifizierungsmoduls gibt es bei dem Probenträger (Sample Tray) eines analytischen Instrumentes. Der Identifizierungsmodul ist dabei in den austauschbaren Träger eingebaut und enthält Informationen über den Träger selbst und (indirekt) über die Proben in dem Träger. Wenn eine Probe behandelt oder analysiert wird, wird diese Information aktualisiert. Eine Information auf dem Identifizierungsmodul könnte zum Beispiel der Name des Benutzers sein. Eine weitere Möglichkeit ist, daß jeder Benutzer nur die Probenträger benutzt, die "ihm gehören": die Produktnummer des Trägers und die Seriennummer ist dem Benutzer direkt zugeordnet. An dem Ort, wo Proben entnommen oder behandelt werden, wird jeweils Information über Datum und Uhrzeit und eine Kennung des jeweiligen Ortes auf den Identifizierungsmodul geschrieben.

Ein Identifizierungsmodul gemäß der Erfindung kann auch im Zusammenhang mit Detektorlampen eingesetzt werden. Detektorlampen altern im Laufe der Zeit, was sich durch schlechte Meßergebnisse bemerkbar macht. Entsprechend der Erfindung wird die Lampe mit einem Identifizierungsmodul versehen, auf welchem die akkumulierte Brenndauer der Lampe mitprotokolliert wird. Als Maß für die Brenndauer kann entweder der integrierte Lampenstrom verwendet werden oder ein Signal vom Detektor, welches das Brennen der Lampe anzeigt. Wenn die akkumulierte Brenndauer im Identifizierungsmodul einen vorbestimmten Schwellwert überschreitet, wird ein entsprechender Hinweis an den Benutzer gegeben. Auf dem Identifizierungsmodul sind auch Informationen über die Produktnummer und die Seriennummer der Lampe gespeichert. Außerdem enthält der Identifizierungsmodul gemäß einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung ein Referenz-Intensitätsspektrum der Lampe. Dieses Referenz-Intensitätsspektrum kann mit dem jeweils aktuellen Intensitätsspektrum der Lampe verglichen werden, um bei Abweichungen von bestimmten Sollwerten dem Benutzer eine entsprechende Warnung auf einer Anzeigeeinrichtung zu geben oder einen selbsttätigen Austausch der Lampe zu veranlassen oder die festgestellten Abweichungen zur Korrektur der Meßergebnisse zu verwenden.

Ein Identifizierungsmodul kann auch bei einer Detektorzelle verwendet werden. Im allgemeinen kann der Benutzer zwischen verschiedenen Detektorzellen für verschiedene Anwendungen wählen. Ein in eine Detektorzelle integrierter Identifizierungsmodul enthält Informationen über Zellentyp, Schichtlänge der Zelle, Zellvolumen und zum Beispiel Zellverwendung. Ein Auswechseln der Zelle kann automatisch mit Hilfe einer Zellwechsler-Vorrichtung erfolgen.

Die Erfindung ist nicht nur bei einzelnen analytischen Geräten (wie vorstehend beschrieben) einsetzbar, sondern in besonders vorteilhafter Weise auch in analytischen Systemen, die aus mehreren miteinander gekoppelten analytischen Geräten bestehen. Ein derartiges Ausführungsbeispiel wird nachfolgend unter Bezugnahme auf Fig. 4 beschrieben.

Das analytische Meßsystem 40 umfaßt im dargestellten Beispiel die analytischen Geräte 41, 42, 43 und 44, zum Beispiel Detektionsgerät, Trenngerät mit Trennsäule, Autosampler und Pumpengerät. Das Gerät 41 enthält eine Probenzelle 6 und eine Lampe 7, die jeweils mit einem erfindungsgemäßen Identifizierungsmodul 48 bzw. 49 versehen sind. Die Sende-/Empfangeinrichtung

48 bzw. 49 Informationen austauschen, sind mit der Geräteelektronik 52 verbunden. Die Geräteelektronik 52 ist über eine Steuerleitung 53 mit einer Steuereinrichtung 54 verbunden. Das Gerät 42 enthält eine erste Trennsäule 55 mit einem Identifizierungsmodul 56 und eine zweite Trennsäule mit einem Identifizierungsmodul 58. Die zugehörigen Sende-/Empfangseinrichtungen 59 bzw. 60 sind mit der Geräteelektronik 61 verbunden, die wiederum mit der Steuereinrichtung 54 verbunden sind. Das Gerät 43 enthält einen Probenträger mit einer Anzahl von Probengefäßen (Sample Tray) 62, an dem ein Identifizierungsmodul 66 befestigt ist, welcher mit einer Sende-/Empfangseinrichtung 67 kommuniziert. Außerdem ist ein Probengefäß 63 mit einem Identifizierungsmodul 64 dargestellt, welcher mit einer Sende-/Empfangseinrichtung 65 kommuniziert. Die Sende-/Empfangseinrichtungen 65 und 67 sind mit der Geräteelektronik 68 verbunden und diese wiederum mit der Steuereinrichtung 54. Das Gerät 44 enthält einen Pumpenkopf 69 mit einem Identifizierungsmodul 70. Der Identifizierungsmodul tauscht mit der mit der Geräteelektronik 72 verbundenen Sende-/Empfangseinrichtung 71 Informationen aus. Die Geräteelektronik 72 ist über die Steuerleitung 53 mit der Sende-/Empfangseinrichtung 54 verbunden. Weiterhin kann noch eine (nicht dargestellte) Probentransportvorrichtung (z. B. Probenschleife) vorgesehen sein, in welche die zu analysierende Probe aus dem Probengefäß 63 eingeführt wird.

Bei dem in Fig. 4 dargestellten analytischen System werden die aus den Identifizierungsmodulen der einzelnen Geräte 41, 42, 43, 44 ausgelesenen Informationen durch die Steuereinrichtung 13 ausgewertet und danach der Betrieb des ganzen Systems gesteuert. Außerdem veranlaßt die Steuereinrichtung auch das Einschreiben neuer Informationen auf die Identifizierungsmodule, wenn sich bestimmte Parameter der mit den Identifizierungsmodulen jeweils verbundenen austauschbaren Teile verändert haben, zum Beispiel die Zahl der mit der Säule durchgeführten Injektionen, die Brenndauer der Lampe, die Vorbehandlung der Probe etc.

Ein System der in Fig. 4 dargestellten Art zeichnet sich unter anderem dadurch aus, daß es das automatische Abarbeiten von komplexen Analysensequenzen mit einer Vielzahl von Proben und mit unterschiedlichen Trennverfahren ermöglicht. Dabei wird etwa vor dem Start einer Sequenz geprüft, ob die jeweiligen mit einem Identifizierungsmodul ausgestatteten Teile von solcher Art und in einem solchen Zustand sind, daß die geplante Sequenz vollständig abgearbeitet werden kann. Wenn dies nicht der Fall ist, wird entweder eine Meldung auf einer Anzeigeeinrichtung ausgegeben, so daß der Benutzer die entsprechenden Teile austauschen kann oder der Austausch geschieht automatisch unter Steuerung durch die Steuereinrichtung 54. Alternativ dazu könnte die Sequenz von der Steuereinrichtung auch unterbrochen werden, wenn aufgrund der in einem Identifizierungsmodul gespeicherten Informationen unakzeptable Bedingungen für eine Weiterführung der Messung festgestellt wurden. Insgesamt ermöglicht die Erfindung somit eine integrierte Systemüberwachung und Systemsteuerung mit erhöhter Zuverlässigkeit, bei großer Vielseitigkeit und einem Minimum an Benutzeraufsicht bzw. ganz ohne Benutzeraufsicht.

Die Erfindung ermöglicht es auch, eine elektronische Bauteileverwaltung der mit einem Identifizierungsmodul ausgestatteten Austauschteile aufzubauen. Wenn von dem Identifizierungsmodul zum Beispiel gemeldet wurde, daß das zugehörige Austauschteil ersetzt wer-

den muß, wird automatisch eine entsprechende Bestellung eines neuen Teils an ein geeignetes Lager gegeben. Schließlich ist es aufgrund der Erfindung auch möglich, eine Analyse an einem von dem Labor weit entfernten Ort zu überwachen, wenn die Informationen aus den Identifizierungsmodulen (gegebenenfalls auch weitere Informationen) an diesen Ort übertragen werden.

Es versteht sich, daß zahlreiche Abwandlungen der oben beschriebenen Ausführungsbeispiele, die noch im Rahmen des Konzepts der vorliegenden Erfindung liegen, möglich sind. Zum Beispiel gibt es mehrere Möglichkeiten der Datenübertragung zwischen Identifizierungsmodul und Sende-/Empfangseinrichtung: Neben der beschriebenen Hochfrequenzübertragung könnte auch eine Übertragung mittels Infrarot oder anderer Strahlung des elektromagnetischen Spektrums verwendet werden. Außerdem könnte auch eine Drahtverbindung zwischen Identifizierungsmodul und Sende-/Empfangseinrichtung vorgesehen sein. Eine drahtlose Verbindung ist jedoch bevorzugt, denn sie ist benutzerfreundlicher, da der Benutzer beim Einsetzen oder Entfernen des Austauschteils keine Kabel anschließen oder lösen muß.

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Erkennung austauschbarer Teile in analytischen Meßgeräten, mit

- einem mit dem austauschbaren Teil (2; 30) verbundenen Identifizierungsmodul (3; 31) und
- einer Sende-/Empfangseinrichtung (4), welche Informationssignale von dem Identifizierungsmodul empfangen und Informationssignale zu dem Identifizierungsmodul senden kann,

gekennzeichnet durch eine mit der Sende-/Empfangseinrichtung (4) verbundene Steuereinrichtung (5), welche das Auslesen von auf dem Identifizierungsmodul (3; 31) gespeicherten Informationen auslöst, und welche die Anzeige einer Nachricht auf einer Anzeigeeinrichtung (8) veranlaßt, wenn die aus dem Identifizierungsmodul ausgelesenen Informationen bestimmte Bedingungen erfüllen.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Sende-/Empfangseinrichtung (4), gesteuert durch die Steuereinrichtung (5), den Identifizierungsmodul periodisch nach einer gespeicherten Identifizierungsinformation abfragt, und daß die Steuereinrichtung die Anzeige einer entsprechenden Nachricht auf der Anzeigeeinrichtung (8) auslöst, wenn die Identifizierungsinformation durch die Sende-/Empfangseinrichtung nicht mehr empfangen wird oder wenn diese Information sich seit der letzten Abfrage geändert hat.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuereinrichtung (5) die Anzeige einer Warnung auf der Anzeigeeinrichtung (8) auslöst, wenn aus dem Identifizierungsmodul ausgelesene Informationen, die für die Qualität des austauschbaren Teiles charakteristisch sind (z. B. Anzahl der Injektionen bei einer Chromatographiesäule, oder die Brenndauer einer Lampe), einen vorbestimmten Grenzwert erreichen.

4. Vorrichtung zur Erkennung austauschbarer Teile in analytischen Meßgeräten, mit

- einem mit dem austauschbaren Teil (2; 30) verbundenen Identifizierungsmodul (3; 31) und
- einer Sende-/Empfangseinrichtung (4), wel-



che Informationssignale von dem Identifizierungsmodul empfangen und Informationssignale zu dem Identifizierungsmodul senden kann,

gekennzeichnet durch eine mit der Sende-/Empfangseinrichtung (4) verbundene Steuereinrichtung (5), welche das Auslesen von auf dem Identifizierungsmodul (3; 31) gespeicherten Informationen auslöst, und welche das selbsttätige Ersetzen des austauschbaren Teiles oder das Umschalten auf ein anderes austauschbares Teil auslöst, wenn die aus dem Identifizierungsmodul ausgelesenen Informationen vorbestimmte Bedingungen nicht erfüllen.

5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das austauschbare Teil eine chromatographische Säule ist und daß die aus dem Identifizierungsmodul ausgelesene Information die Anzahl der mit der Säule durchgeführten Injektionen, der zulässige Maximaldruck über die Säule oder das integrierte Produkt aus Druck und Durchflußvolumen durch die Säule ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine zweite chromatographische Säule vorgesehen ist sowie eine Säulenschaltvorrichtung, mittels welcher von der mit dem Identifizierungsmodul ausgestatteten ersten Säule auf die zweite Säule umgeschaltet wird, wenn die aus dem Identifizierungsmodul der ersten Säule ausgelesene Anzahl der Injektionen oder das integrierte Produkt aus Druck und Durchflußvolumen einen vorbestimmten Grenzwert erreicht.

7. Analytisches Meßsystem mit mehreren analytischen Geräten (41, 42, 43, 44), welche austauschbare Teile (46, 47, 55, 58, 62, 63, 69) enthalten, gekennzeichnet durch

- mit den austauschbaren Teilen jeweils verbundene Identifizierungsmodule (48, 49, 56, 58, 66, 64, 70),
- Sende-/Empfangseinrichtungen (50, 51, 59, 60, 67, 65, 71), welche Informationssignale von einem Identifizierungsmodul empfangen und Informationssignale zu einem Identifizierungsmodul senden können, und
- eine Steuereinrichtung (54), welche die Informationen aus den Identifizierungsmodulen auswertet.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die austauschbaren Teile zu folgender Gruppe von Teilen gehören: Probenzelle (46), Lampe (47), Säule (55, 57), Probenträger (62), Probengefäß (63), Pumpenkopf (69), Probentransportvorrichtung.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65



- Leerseite -

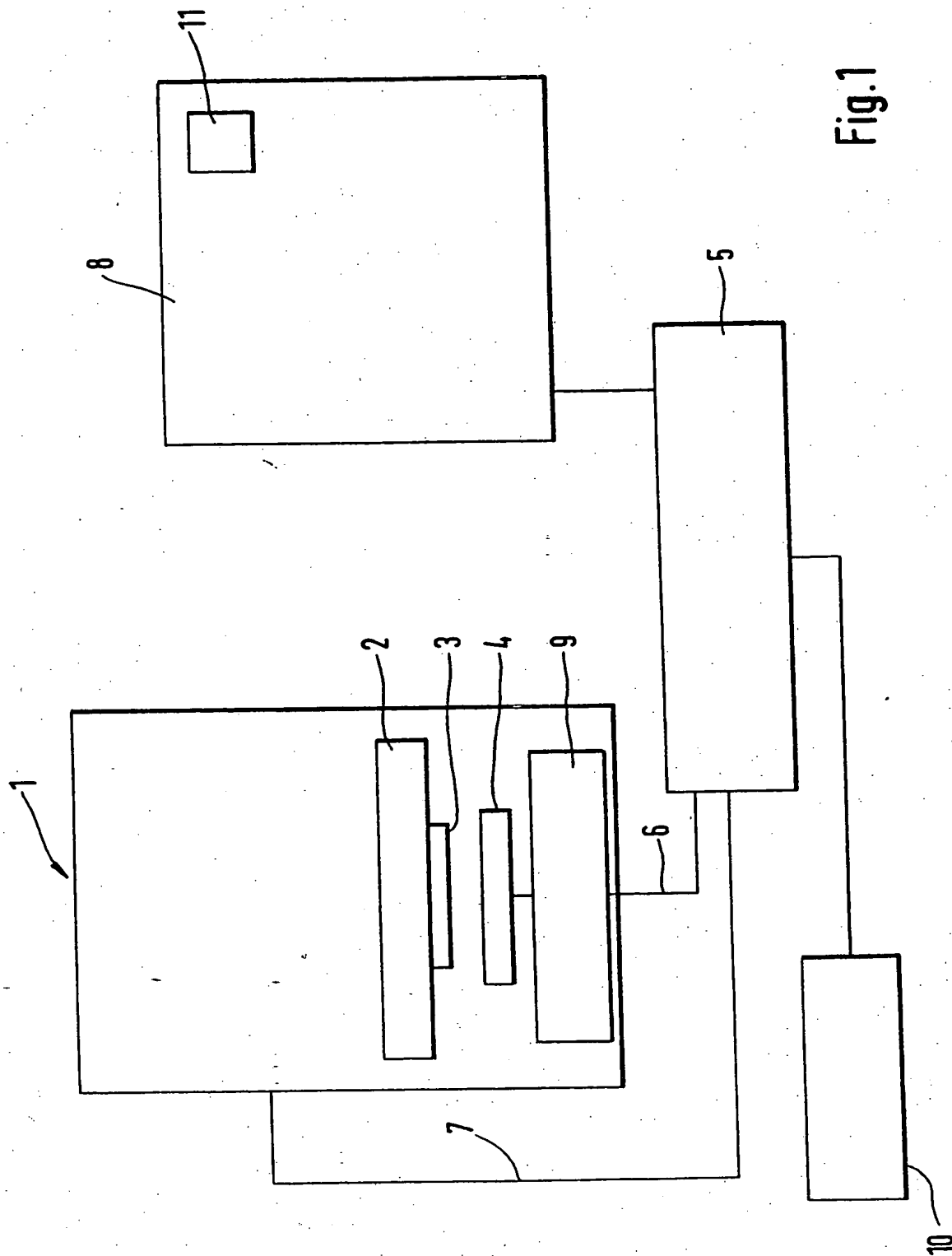


Fig. 1

Fig.2

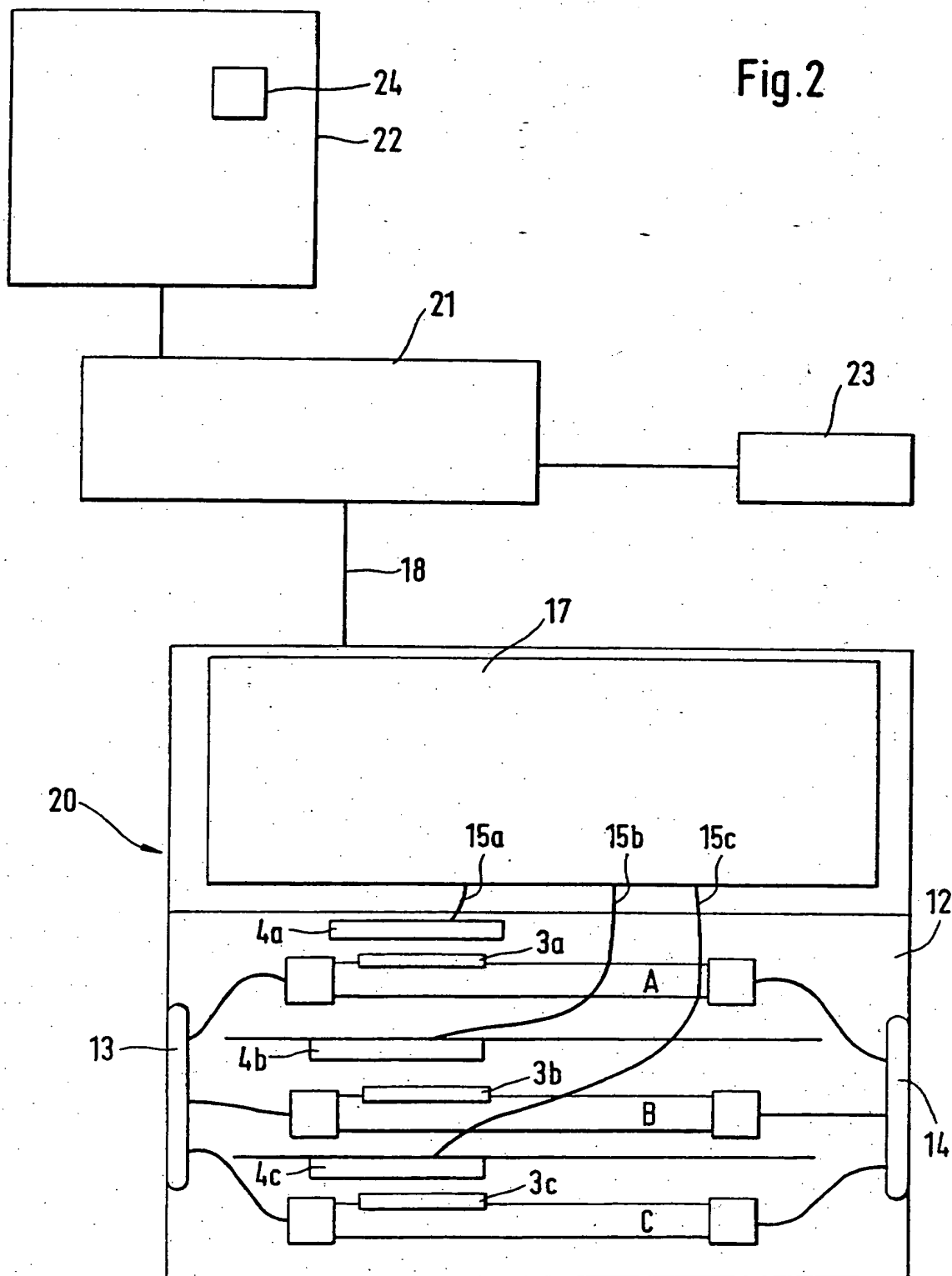
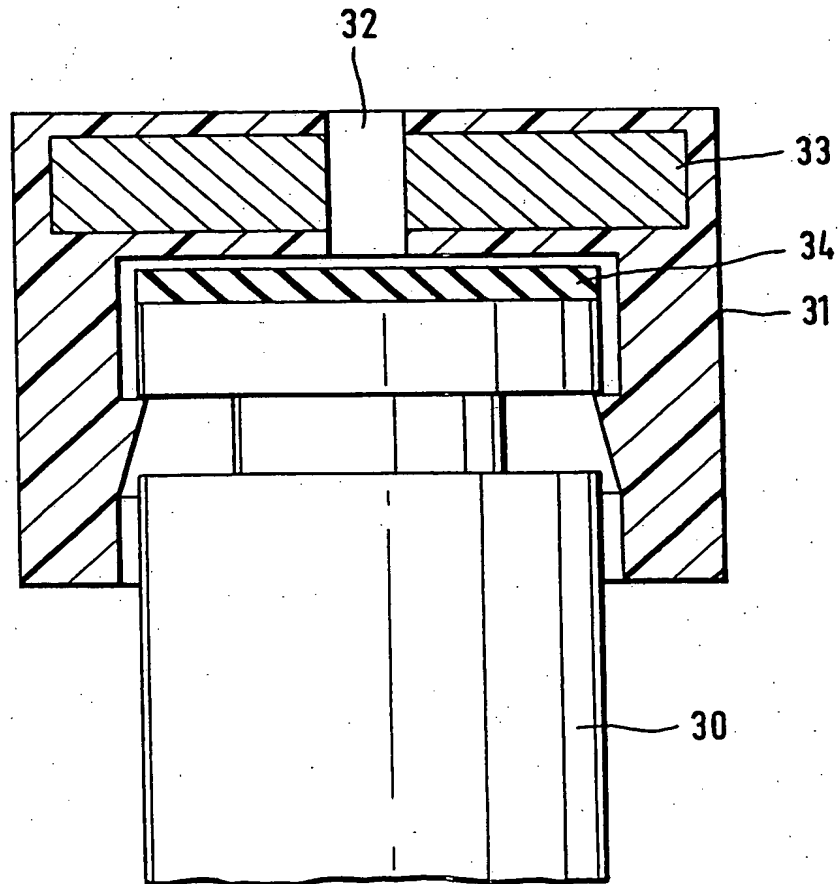


Fig.3



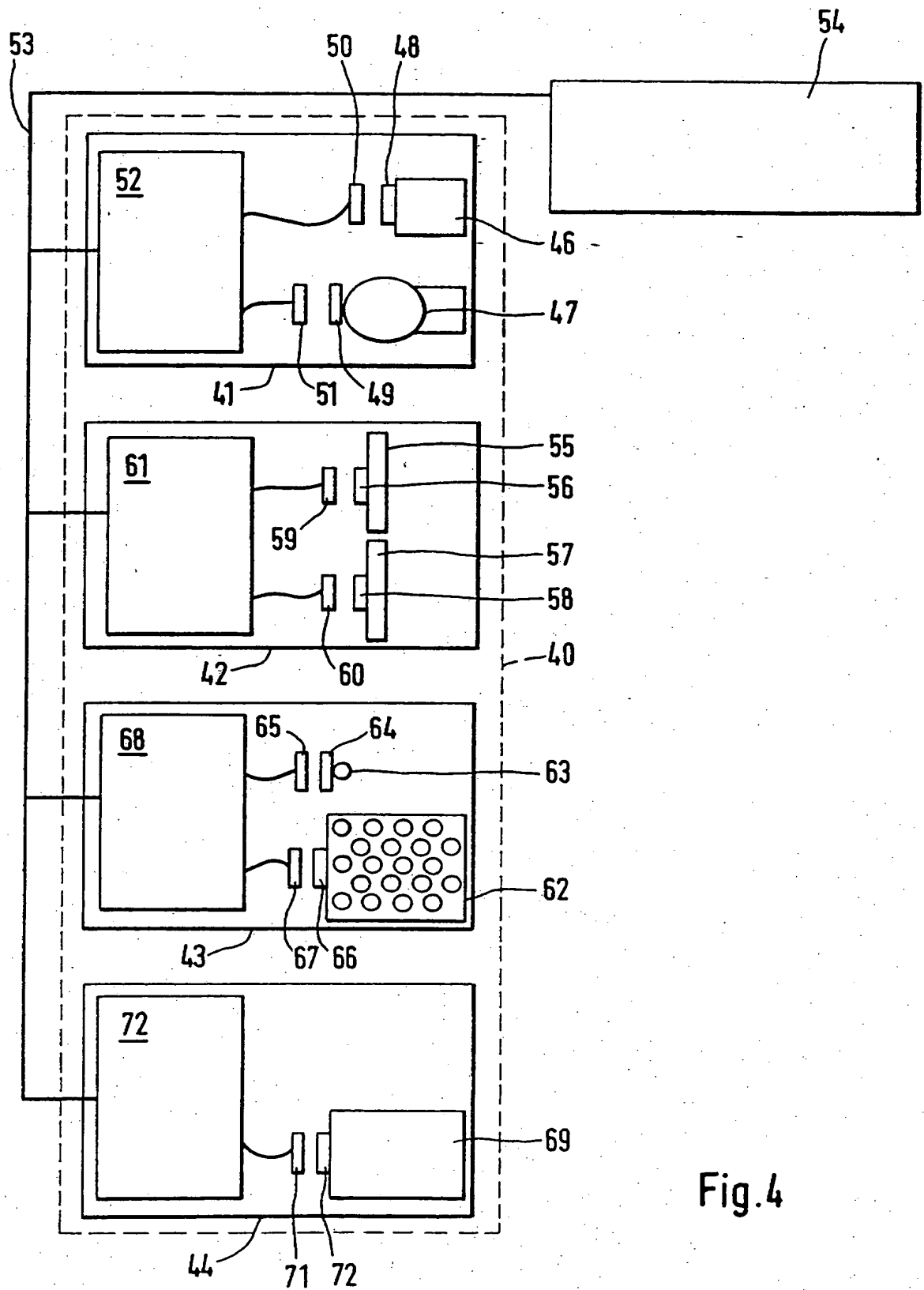


Fig. 4